МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
34844—
2022**

ПРОДУКЦИЯ ПИЩЕВАЯ

Определение массовой доли пищевых волокон

Издание официальное

**Москва
Российский институт стандартизации
2022**

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным учреждением науки «Федеральный исследовательский центр питания, биотехнологии и безопасности пищи» (ФГБУН «ФИЦ питания и биотехнологии»)

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом МТК 526 «Функциональные пищевые продукты»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 29 апреля 2022 г. № 150-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Грузия	GE	Грузстандарт
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30 мая 2022 г. № 419-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34844—2022 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 16 января 2023 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Оформление. ФГБУ «РСТ», 2022

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 3
4 Сущность метода 3
5 Требования безопасности 3
6 Средства измерений, вспомогательное и испытательное оборудование, реактивы и материалы 4
7 Отбор и подготовка проб 5
8 Условия и подготовка к проведению измерений 6
9 Проведение испытания 6
10 Обработка и оформление результатов 8
11 Метрологические характеристики и контроль точности 9
12 Библиография 11

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ПРОДУКЦИЯ ПИЩЕВАЯ

Определение массовой доли пищевых волокон

Food products. Determination of dietary fiber content

Дата введения — 2023—01—16

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую продукцию, в т. ч. специализированную, биологически активные и пищевые добавки и устанавливает ферментативно-гравиметрический метод определения содержания пищевых волокон, включая растворимые и нерастворимые.

Диапазон измерений массовой доли пищевых волокон составляет от 0,5 % до 100 % (г/100 г).

К пищевой продукции, подлежащей испытанию на содержание пищевых волокон данным методом, относятся:

- зерно злаковых, семена зернобобовых и масличных культур, продукты переработки мукомольного производства, продукты переработки крупяного производства, экструдированные зерновые продукты, микронизированные зерновые продукты, продукты быстрого приготовления;
- фруктовая и плодово-овощная продукция, включая продукты их переработки (соки, пюре, смузи, батончики и т. д.);
- крахмалопаточная продукция;
- кондитерские изделия, в ингредиентный состав которых входят продукты, содержащие пищевые волокна;
- мясные и рыбные изделия, в ингредиентный состав которых входят продукты, содержащие пищевые волокна;
- пищевые добавки и биологически активные добавки к пище, в ингредиентный состав которых входят продукты, содержащие пищевые волокна;
- молочная продукция, в ингредиентный состав которой входят продукты, содержащие пищевые волокна;
- специализированные пищевые продукты, обогащенные пищевыми волокнами или содержащие компоненты, являющиеся источниками пищевых волокон.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.018 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

Издание официальное

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 200 Реактивы. Натрий фосфорноватистокислый 1-водный. Технические условия

ГОСТ 245 Реактивы. Натрий фосфорнокислый однозамещенный 2-водный. Технические условия

ГОСТ 618 Фольга алюминиевая для технических целей. Технические условия

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2603 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 4172 Реактивы. Натрий фосфорнокислый двузамещенный 12-водный. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 5667 Хлеб и хлебобулочные изделия. Правила приемки, методы отбора образцов, методы определения органолептических показателей и массы изделий

ГОСТ 5901 Изделия кондитерские. Методы определения массовой доли золы и металломагнитной примеси

ГОСТ 5962 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 6709* Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 8756.0 Продукты пищевые консервированные. Отбор проб и подготовка их к испытанию

ГОСТ 13586.3 Зерно. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 13646 Термометры стеклянные ртутные для точных измерений. Технические условия

ГОСТ 14261 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 15113.8 Концентраты пищевые. Методы определения золы

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25555.4 Продукты переработки плодов и овощей. Методы определения золы и щелочности общей и водорастворимой золы

ГОСТ 26312.1 Крупа. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 26313 Продукты переработки фруктов и овощей. Правила приемки, методы отбора проб

ГОСТ 26809.1 Молоко и молочная продукция. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу. Часть 1. Молоко, молочные, молочные составные и молокосодержащие продукты

ГОСТ 26889 Продукты пищевые и вкусовые. Общие указания по определению содержания азота методом Кьельдаля

ГОСТ 27460 Трубки, капилляры и палочки из боросиликатного стекла 3,3. Общие технические условия

ГОСТ 27668 Мука и отруби. Приемка и методы отбора проб

ГОСТ 28498 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 31904 Продукты пищевые. Методы отбора проб для микробиологических испытаний

ГОСТ 33999 Продукция пищевая специализированная. Продукция пищевая диетического лечебного и диетического профилактического питания. Термины и определения

ГОСТ 34006 Продукция пищевая специализированная. Продукция пищевая для питания спортсменов. Термины и определения

ГОСТ ИСО 5725-1** Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ ИСО 5725-2*** Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

ГОСТ ИСО 5725-3*4 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144—2018.

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002.

*** В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002.

*4 В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-3—2002.

ГОСТ ИСО 5725-4* Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений

ГОСТ ИСО 5725-5** Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 5. Альтернативные методы определения прецизионности стандартного метода измерений

ГОСТ ИСО 5725-6—2003*** Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 33999, ГОСТ 34006, а также следующие термины с соответствующими определениями*4:

3.1 **пищевые волокна:** Углеводные полимеры, растительные полисахариды, не подвергающиеся полному воздействию ферментов желудочно-кишечного тракта и не всасывающиеся в тонком кишечнике.

3.2 **нерастворимые пищевые волокна:** Пищевые волокна, нерастворимые в воде и неферментируемые в толстом кишечнике.

Примечание — К нерастворимым пищевым волокнам относятся воск, ксантановая камедь, резистентный крахмал, лигнин, целлюлоза, которые содержатся преимущественно в зерновых продуктах. А также хитин, обнаруживаемый в клеточных стенках грибов, сине-зеленых водорослей и являющийся основным компонентом экзоскелета членистоногих и других беспозвоночных. Метод не применим к таким низкомолекулярным фракциям пищевых волокон, как инулины, полидекстроза, резистентные крахмалы и мальтодекстрины.

3.3 **растворимые пищевые волокна:** Пищевые волокна, растворимые в воде и подвергающиеся воздействию ферментов толстого кишечника.

Примечание — К растворимым пищевым волокнам относятся некоторые гемицеллюлозы, глюканы, пектины, некоторые камеди, каррагинаны, альгиновые кислоты и их соли, которые содержатся в основном во фруктах и овощах, в бобовых культурах, водорослях, картофеле и зерновых.

4 Сущность метода

Ферментативно-гравиметрический метод определения пищевых волокон предусматривает ферментативный гидролиз крахмальных и некрахмальных соединений с помощью α-амилазы, протеазы и амилоглюкозидазы до моно-, ди-, олигосахаридов и пептидов, затем осаждение пищевых волокон этиловым спиртом, высушивание и определение их количества гравиметрическим методом. Массовую долю пищевых волокон выражают в процентах (граммах на 100 г пищевой продукции).

5 Требования безопасности

5.1 Помещения, в которых проводят измерения, должны быть снабжены приточно-вытяжной вентиляцией. Работу необходимо проводить, соблюдая правила личной гигиены и противопожарной безопасности в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.004, ГОСТ 12.1.018, и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-4—2002.

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-5—2002.

*** В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

*4 В Российской Федерации также действует ГОСТ Р 52349—2005 «Продукты пищевые. Продукты пищевые функциональные. Термины и определения».

5.2 При работе с электроприборами соблюдают требования безопасности по ГОСТ 12.1.019.

5.3 Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать допустимых значений по ГОСТ 12.1.005.

5.4 Выполнение измерений проводит специалист, имеющий среднее специальное или высшее специальное образование, освоивший метод определения массовой доли пищевых волокон.

6 Средства измерений, вспомогательное и испытательное оборудование, реактивы и материалы

6.1 Средства измерений

- весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ±0,01 г;
- мерные колбы вместимостью 25, 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770;
- цилиндры вместимостью 25, 50, 250, 500 и 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770;
- термометр ртутный с диапазоном измерения от 0 °С до 100 °С (цена деления шкалы 1 °С) по ГОСТ 13646;
- термометры жидкостные стеклянные с диапазоном измерения от 0 °С до 100 °С (цена деления шкалы 1 °С) по ГОСТ 28498;
- пипетки (дозаторы) автоматические переменного объема 100—1000 $мм^3$, 50—200 $мм^3$;
- pH-метр с диапазоном измерения приведенного значения pH контролируемой среды pH-метра — от 1 ед. pH до 12 ед. pH.

6.2 Вспомогательное и испытательное оборудование

- прибор для фильтрования пищевых волокон*, включающий в себя водяную вибрационную баню, модуль фильтрации и плоскодонные колбы, вместимостью 600 $см^3$;
- баня водяная лабораторная, обеспечивающая нагрев в диапазоне 90 °С—100 °С (далее — водяная баня № 1);
- баня водяная с контейнерами для встряхивания (шейкер-контейнерами), обеспечивающая нагрев до температуры (60 ± 1) °С (далее — водяная баня № 2);
- тигли фильтровальные** вместимостью 50 $см^3$ с размером пор 40—60 мкм из боросиликатного стекла;
- гомогенизатор или мельница лабораторная, обеспечивающий(ая) размол пищевой продукции до частиц размером не более 0,5 мм;
- шкаф сушильный с термостатом, поддерживающий постоянную температуру (130 ± 5) $^oС$;
- мешалка лабораторная магнитная;
- фольга алюминиевая по ГОСТ 618;
- эксикатор по ГОСТ 25336;
- палочки стеклянные длиной 20 см с тонким концом по ГОСТ 27460;
- пипетки градуированные вместимостью 10, 15, 20 $см^3$ по ГОСТ 29227;
- воронка делительная по ГОСТ 25336;
- аспиратор водяной или насос вакуумный по ГОСТ 25336 или соответствующие аналоги.

6.3 Реактивы и материалы

- спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья по ГОСТ 5962, х. ч.;
- ацетон по ГОСТ 2603, ч. д. а.;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
- натрий фосфорнокислый 1-водный по ГОСТ 200, ч. д. а.;
- натрий фосфорнокислый двузамещенный 12-водный по ГОСТ 4172, ч. д. а.;
- натрий фосфорнокислый однозамещенный 2-водный по ГОСТ 245, ч. д. а.;

---

* Например, система Fibertecsystem E1023. Информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не исключает возможность использования других приборов с аналогичными характеристиками.

** Например, № 10001172 (Cat. FOSS TECATOR). Информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не исключает возможность использования других фильтровальных тиглей с аналогичными характеристиками.

- готовый раствор устойчивой к нагреванию α-амилазы*, активностью** не менее 20000 МЕ/см;
- протеаза, активностью не менее 7 МЕ/мг белка***;
- амилоглюкозидаза, активностью не менее 400 МЕ/мг белка*4;
- целит*5;
- натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч. д. а.;
- кислота соляная по ГОСТ 14261, о. с. ч.;
- эфир петролейный, х. ч.;
- гексан, х. ч.;
- фольга алюминиевая по ГОСТ 618.

Примечание — Допускается использование других средств измерений с метрологическими характеристиками и вспомогательного и испытательного оборудования с техническими характеристиками, не уступающих вышеуказанным, а также реактивов и материалов по качеству не ниже вышеуказанных.

7 Отбор и подготовка проб

7.1 Отбор проб

Отбор проб проводят:
- для хлеба и хлебобулочных изделий — по ГОСТ 5667;
- зерна — по ГОСТ 13586.3;
- круп — по ГОСТ 26312.1;
- продуктов переработки фруктов и овощей — по ГОСТ 26313;
- мясных и мясорастительных консервов — по ГОСТ 8756.0;
- муки и отрубей — по ГОСТ 27668;
- молочной продукции, в ингредиентный состав которой входят продукты, содержащие пищевые волокна — по ГОСТ 26809.1;
- остальной пищевой продукции — по ГОСТ 31904;
- или нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

7.2 Подготовка проб для анализа

При необходимости пробу измельчают в гомогенизаторе или лабораторной мельнице. Если содержание жира в пробе превышает 10 %, его экстрагируют петролейным эфиром или гексаном из расчета 25 $см^3$ на 1 г навески. При этом сначала навеску растворяют в 50 $см^3$ фосфатного буфера (см. 8.2.2.3), затем этот раствор встряхивают в шейкере в течение 30 мин, после добавляют эфир или гексан, снова встряхивают в течение 30 мин. Полученную смесь разделяют при помощи дозатора, отбрасывая органический слой с жиром, или с использованием делительной воронки. Далее для испытаний используют обезжиренную часть навески, растворенную в фосфатном буфере (см. 8.2.2.3).

Примечание — При отборе проб по ГОСТ 31904 для ферментативно-гравиметрического метода вспомогательное оборудование, соприкасающееся с пищевой продукцией во время отбора проб, можно не стерилизовать.

---

* Например, Термамил, № A3306 (Sigma Chemical Co). Информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не исключает возможность использования другого фермента с аналогичными характеристиками.

** Активность ферментов (ферментативную активность) выражают в международных единицах (англ. — МЕ или U; русск. — Ед) и понимают как количество фермента, которое катализирует модификацию 1 мкМ (10—6 М) субстрата за 1 мин.

*** Например, № P3910 или P5380 (Sigma Chemical Co). Информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не исключает возможность использования другого фермента с аналогичными характеристиками.

*4 Например, № A9913 (Sigma Chemical Co). Информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не исключает возможность использования другого фермента с аналогичными характеристиками.

*5 Например, № C8656 (Sigma Chemical Co.) или № C211 кислотной промывки (Fisher Scientific Co., Fair Lawn, NJ, USA). Информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не исключает возможность использования другого целита с аналогичными характеристиками.

8 Условия и подготовка к проведению измерений

8.1 Условия проведения измерений

При подготовке и проведении измерений должны быть соблюдены следующие условия (важно на этапах, связанных со взвешиванием навески пробы и высушенного до постоянной массы тигля с полученной после фильтрования фракцией волокон):

- температура окружающей среды . . . . . от 10 °С до 25 °С включительно;
- относительная влажность воздуха . . . . . не более 70 %.

8.2 Подготовка к проведению измерений

8.2.1 Подготовка водяной бани к работе

Водяную баню № 1 нагревают до температуры кипения.

Водяную баню № 2 нагревают до температуры 60 °С.

8.2.2 Приготовление рабочих растворов

8.2.2.1 Приготовление 0,275 моль/дм^3 раствора гидроокиси натрия

Навеску гидроокиси натрия (11 ± 0,01) г с помощью дистиллированной воды количественно переносят в мерную колбу, вместимостью 1000 см^3, перемешивают до полного растворения гидроокиси натрия. После охлаждения раствора до комнатной температуры доводят объем раствора до метки и перемешивают.

Срок хранения приготовленного раствора составляет 6 мес при температуре от 4 °С до 6 °С.

8.2.2.2 Приготовление рабочего раствора соляной кислоты

а) Приготовление раствора соляной кислоты концентрацией 1 моль/дм^3 из концентрированной соляной кислоты

600 см^3 дистиллированной воды помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, добавляют 80 см^3 концентрированной соляной кислоты и перемешивают. После охлаждения раствора до температуры (см. 8.1) доводят объем раствора до метки и перемешивают.

Срок хранения приготовленного раствора составляет 6 мес при температуре по 8.1.

б) Приготовление раствора соляной кислоты концентрацией 0,325 моль/дм^3 из раствора соляной кислоты концентрацией 1 моль/дм^3

600 см^3 дистиллированной воды помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, добавляют 325 см^3 соляной кислоты концентрацией 1 моль/дм^3 и перемешивают. После охлаждения раствора до температуры (см. 8.1) доводят объем раствора до метки и перемешивают.

Срок хранения приготовленного раствора составляет 6 мес при температуре по 8.1.

8.2.2.3 Приготовление фосфатного буфера

Навеску (1,40 ± 0,01) г фосфорнокислого двузамещенного безводного натрия и (9,70 ± 0,01) г фосфорнокислого однозамещенного моногидрата натрия с помощью дистиллированной воды количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3. Перемешивают на магнитной мешалке до полного растворения компонентов, доводят до метки дистиллированной водой. После приготовления доводят до (6,0 ± 0,2) ед. pH путем добавления раствора соляной кислоты либо раствора гидроокиси натрия.

Срок хранения приготовленного раствора составляет 1 мес при температуре от 4 °С до 6 °С.

8.2.2.4 Приготовление рабочего раствора протеазы

250 мг фермента помещают в мерную колбу вместимостью 25 см^3, растворяют в 15 см^3 дистиллированной воды, доводят объем раствора до метки.

Раствор протеазы следует готовить непосредственно перед применением.

Примечание — Указанные в 6.3 ферменты α-амилаза и амилоглюкозидаза не требуют дополнительного разведения.

9 Проведение испытания

9.1 Ферментативный гидролиз проводят в три этапа.

9.1.1 Этап I

Навески испытуемой пробы (1,00 ± 0,01) г помещают в плоскодонные колбы, входящие в комплект системы фильтрации, вместимостью 600 см^3. Проводят два параллельных определения в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (подраздел 5.2).

Добавляют 50 $см^3$ фосфатного буфера (см. 8.2.2.3). Перемешивают на магнитной мешалке до получения дисперсии с равномерным распределением частиц по всему объему фосфатного буфера. Проверяют pH и при необходимости доводят до (6,0 ± 0,2) ед. pH, добавляя 0,275 моль/$дм^3$ раствора гидроокиси натрия или 0,325 моль/$дм^3$ раствора соляной кислоты.

В полученный раствор автоматической пипеткой добавляют 100 $мм^3$ готового раствора α-амилазы, медленно перемешивая. Горлышки колб закрывают алюминиевой фольгой и инкубируют в кипящей водяной бане в течение 30 мин, осторожно встряхивают каждые 5 мин. Вынимают колбы с полученной дисперсией из бани и, не снимая алюминиевой фольги, охлаждают до комнатной температуры (20 ± 2) °С под струей холодной воды.

9.1.2 Этап II

Снимают алюминиевую фольгу и смывают все остатки пробы со стенок колб в полученную дисперсию дистиллированной водой по 10 $см^3$, в случае образования гелеподобных комплексов на дне колбы их также тщательно размешивают. Споласкивают стенки колбы дистиллированной водой по 10 $см^3$ в дисперсию.

Доводят pH полученной дисперсии до (7,5 ± 0,1) ед. pH, добавляя 10—12 $см^3$ 0,275 моль/$дм^3$ раствора гидроокиси натрия. Добавляют 500 $мм^3$ раствора протеазы автоматической пипеткой в каждую колбу. Закрывают алюминиевой фольгой и инкубируют в водяной бане при температуре (60 ± 1) °С в течение 30 мин, непрерывно перемешивая, начиная отсчет времени, когда температура водяной бани достигнет 60 °С. Вынимают колбы с дисперсиями из водяной бани и, не снимая алюминиевой фольги, охлаждают до комнатной температуры (20 ± 2) °С.

9.1.3 Этап III

Доводят pH полученной дисперсии до 4,0—4,6 ед. pH, добавляя 12—15 $см^3$ 0,325 моль/$дм^3$ раствора соляной кислоты. Добавляют автоматической пипеткой 300 $мм^3$ раствора амилоглюкозидазы в каждую колбу. Закрывают алюминиевой фольгой и инкубируют в водяной бане при температуре (60 ± 1) °С в течение 30 мин, непрерывно перемешивая. Начинают отсчет времени, когда температура водяной бани достигнет 60 °С. Вынимают колбы с растворами образцов из водяной бани и, не снимая алюминиевой фольги, охлаждают до комнатной температуры (20 ± 2) °С.

9.2 Определение содержания нерастворимой фракции пищевых волокон

Полученные на III этапе дисперсии фильтруют под вакуумом, используя водяной аспиратор или вакуумный насос, через (1,00 ± 0,01) г целита (целит предварительно высушивают при температуре 130 °С в течение 3 ч и охлаждают в эксикаторе), смоченного дистиллированной водой и равномерно распределенного по поверхности предварительно взвешенных фильтровальных тиглей. Колбу дважды промывают дистиллированной водой по 10 $см^3$ до полного смывания всех остатков со стенок колбы в тигель.

Смешивают фильтрат с дистиллированной водой и используют для определения содержания растворимой фракции пищевых волокон.

Промывают осадок на фильтровальных тиглях два раза по 10 $см^3$ дистиллированной водой, затем два раза по 10 $см^3$ 95 %-ным этиловым спиртом, после чего промывают два раза по 15 $см^3$ ацетоном.

Сушат тигель в течение 3 ч при температуре (130 ± 5) °С. Охлаждают в эксикаторе в течение 30 мин. Взвешивают тигель с точностью до 0,01 г. Далее осадок из тиглей используют для определения золы и белка.

9.3 Определение содержания растворимой фракции пищевых волокон

Берут смешанный полученный фильтрат пробы с дистиллированной водой (см. 9.4), определяют объем и добавляют четыре объема 95 %-ного этилового спирта, разогретого до 60 °С, смывают со стенок остатки в раствор, используя часть этилового спирта.

Выдерживают при температуре (20 ± 5) °С в течение 1—2 ч, до образования преципитата (осадка).

Фильтруют под вакуумом, используя водяной аспиратор или вакуумный насос, через (1,0 ± 0,01) г целита, смоченного 78 %-ным этиловым спиртом* и равномерно распределенного по поверхности предварительно взвешенных фильтровальных тиглей. Используют 78 %-ный этиловый спирт для смывания всех частиц со стенок колбы в тигель.

---

* Информация о разведении этилового спирта приведена в Государственной фармакопее Российской Федерации, XIII издание (приложение 1.4 «Алкоголеметрические таблицы»). Информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта.

Промывают остаток три раза по 20 см^3 78 %-ным этиловым спиртом, затем два раза по 10 см^3 95 %-ным этиловым спиртом, после чего промывают два раза по 15 см^3 ацетоном.

Сушат тигель в течение 3 ч при температуре (130 ± 5) °С. Охлаждают в эксикаторе в течение 30 мин. Взвешивают тигель с точностью до 0,1 мг.

9.4 Холостой опыт

Холостой опыт используют для корректировки данных по содержанию нерастворимой и растворимой фракций пищевых волокон от возможного осаждения белкового осадка ферментов, а также учета зольности целита. Холостой опыт проводят согласно 9.1—9.5, но без навески испытуемой пробы. Холостой опыт проводят при использовании как новых партий ферментов, так и при использовании новой партии целита.

9.5 Определение зольности и белка

В одном из двух осадков, полученных в 9.2 и 9.3, определяют содержание остаточной доли белка, в другом осадке — содержание золы. Определение содержания белка проводят по ГОСТ 26889, золы — по ГОСТ 5901, ГОСТ 25555.4, ГОСТ 15113.8 или нормативным документам, действующим на территории государств, принявших стандарт.

10 Обработка и оформление результатов

Массовую долю нерастворимой фракции пищевых волокон С1, %, вычисляют по формуле

$$C_1 = \frac{M_1 - (C_{1белок} + C_{1зола}) - B_1}{M} \cdot 100, \quad (1)$$

где M_1 — масса высушенного остатка после первой фильтрации (см. 9.5), г, вычисляемая по формуле

$$M_1 = M_{1общая} - (M_{1целита} + M_{1тигля}), \quad (2)$$

где $M_{1общая}$ — масса высушенных фильтровальных тиглей с целитом и остатком после первой фильтрации, г;

$M_{1целита}$ — масса целита, использованного при первой фильтрации, г;

$M_{1тигля}$ — масса фильтровального тигля, использованного при первой фильтрации, г;

$C_{1белок}$ — содержание белка в высушенном остатке после первой фильтрации (см. 9.5), г;

$C_{1зола}$ — содержание золы в высушенном остатке после первой фильтрации (см. 9.5), г;

B_1 — масса высушенного остатка после первой фильтрации (см. 9.2) за вычетом содержащегося целита, г;

M — масса навески испытуемой пробы, г.

Массовую долю растворимой фракции пищевых волокон C_2, %, вычисляют по формуле

$$C_2 = \frac{M_2 - (C_{2белок} + C_{2зола}) - B_2}{M} \cdot 100, \quad (3)$$

где M_2 — масса высушенного остатка после второй фильтрации (см. 9.5), г, вычисляемая по формуле

$$M_2 = M_{2общая} - (M_{2целита} + M_{2тигля}), \quad (4)$$

где $M_{2общая}$ — масса высушенных фильтровальных тиглей с целитом и остатком после второй фильтрации, г;

$M_{2целита}$ — масса целита, использованного при второй фильтрации, г;

$M_{2тигля}$ — масса фильтровального тигля, использованного при второй фильтрации, г;

$C_{2белок}$ — содержание белка в высушенном остатке после второй фильтрации (см. 9.5), г;

$C_{2зола}$ — содержание золы в высушенном остатке после второй фильтрации (см. 9.5), г;

B_2 — масса высушенного остатка после второй фильтрации (см. 9.3) за вычетом содержащегося целита, г;

M — масса навески испытуемой пробы, г.

Для упрощенного вычисления

$$C_2 = \frac{M_2 - B_2}{M} \cdot 100. \quad (5)$$

Вычисления проводят до второго десятичного знака после запятой.

Общее содержание пищевых волокон вычисляют как сумму нерастворимой и растворимой фракции, значения которых получают по формулам (1) и (3) или (1) и (5).

За результат измерений принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости

$$\frac{2 \cdot |X_1 - X_2| \cdot 100}{(X_1 + X_2)} \le r, \quad (6)$$

где X_1, X_2 — результаты параллельных определений содержания пищевых волокон в испытуемой пробе, %,

r — значение предела повторяемости (см. таблицу 1), %.

Если условие (6) не выполняется, получают еще два результата в полном соответствии с данной методикой измерений. За результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов четырех параллельных определений, если выполняется условие

$$\frac{4 \cdot |X_{макс} - X_{мин}| \cdot 100}{(X_1 + X_2 + X_3 + X_4)} \le CR_{0,95}, \quad (7)$$

где $X_{макс}$, $X_{мин}$ — максимальное и минимальное значения из полученных четырех результатов параллельных определений пищевых волокон в образце, %,

X_1, X_2, X_3, X_4 — результаты четырех параллельных определений содержания пищевых волокон в испытуемой пробе, %,

$CR_{0,95}$ — значение критического диапазона для уровня вероятности P = 0,95 и n (число параллельных определений), вычисляемое по формуле

$$CR_{0,95} = f(n) \cdot \sigma_r. \quad (8)$$

Для n = 4

$$CR_{0,95} = 3,6 \cdot \sigma_r, \quad (9)$$

где σ_r — показатель повторяемости (см. таблицу 1), %.

Если условие (7) не выполняется, выясняют причины превышения критического диапазона, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями методики.

Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде

$$\overline{C} \pm 0,01 \cdot \delta \cdot \overline{C}, \text{ при } P = 0,95, \quad (10)$$

где $\overline{C}$ — среднее арифметическое значение результатов n определений, признанных приемлемыми по 11.1, 11.2, %,

$\pm\delta$ — значение относительной погрешности измерений, %.

Если массовая доля пищевых волокон выходит за пределы нижней границы диапазона измерений, то приводят следующую запись в журнале: «Массовая доля пищевых волокон менее 0,5 %».

Документ или запись удостоверяет лицо, проводившее измерения, а при необходимости — руководитель организации (предприятия), подпись которого заверяют печатью организации (предприятия).

11 Метрологические характеристики и контроль точности

11.1 Метрологические характеристики

При соблюдении всех регламентируемых условий проведения измерения в точном соответствии с данной методикой погрешность (и ее составляющие) результатов измерения при доверительной вероятности P = 0,95 не превышает значений, приведенных в таблице 1 для соответствующих диапазонов концентраций согласно ГОСТ ИСО 5725-1, ГОСТ ИСО 5725-2, ГОСТ ИСО 5725-3, ГОСТ ИСО 5725-4, ГОСТ ИСО 5725-5, ГОСТ ИСО 5725-6—2003.

Таблица 1 — Основные метрологические характеристики методики определения пищевых волокон ферментативно-гравиметрическим методом

Метрологические характеристики	Массовая доля пищевых волокон в пробе, %					
	сумма		растворимые		нерастворимые	
Диапазон измерения массовой доли пищевых волокон, %	От 0,5 до 10 включ.	От 10,1 до 100 включ.	От 0,5 до 10 включ.	От 10,1 до 100 включ.	От 0,5 до 10 включ.	От 10,1 до 100 включ.
Показатель точности (границы относительной погрешности) $\pm\delta$, % (P = 0,95), %	18,7	17,2	21,3	20,5	16,1	19,1
Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, %	0,79	8,51	0,66	7,67	0,37	8,69
Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, %	1,47	13,7	1,27	16,8	0,28	15,4
Предел повторяемости (значение допустимого расхождения между двумя результатами параллельных определений) r, % (P = 0,95, n = 2)	2,21	23,83	1,85	21,48	1,04	24,33
Предел воспроизводимости (значение допустимого расхождения между двумя результатами измерений, полученных в разных лабораториях) R, % (P = 0,95, n = 2)	4,12	38,36	3,56	47,04	0,78	43,12

Примечания

1 В интервалах между указанными в настоящей таблице уровнями допускается линейная интерполяция показателей повторяемости и воспроизводимости.

2 Показатели повторяемости и воспроизводимости взяты из [1].

11.2 Проверка приемлемости результатов параллельных определений

Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости (сходимости), осуществляют в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (подраздел 5.2). Расхождение между результатами измерений не должно превышать предела повторяемости r (см. таблицу 1).

Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (подраздел 5.3). Расхождение между результатами измерений, полученными двумя лабораториями, не должно превышать предела воспроизводимости R (см. таблицу 1).

За результат измерений принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает предела повторяемости, если выполняется условие

$$\frac{2\cdot|X_1 - X_2|\cdot 100}{(X_1 + X_2)} \le r, \qquad (11)$$

где X_1, X_2 — результаты параллельных определений, мг/кг;

r — значение предела повторяемости (см. таблицу 1), при этом $r = 2{,}8\cdot\sigma_r$.

Если условие (11) не выполняется, выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и вновь выполняют измерения.

Расхождение между результатами двух измерений, выполненных в двух разных лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости согласно условию

$$\frac{|X_1 - X_2|\cdot 100}{(X_1 + X_2)} \le R, \qquad (12)$$

где X_1, X_2 — результаты двух измерений, выполненных в разных лабораториях, мг/кг;

R — значение предела воспроизводимости (см. таблицу 1), при этом $R = 2{,}8\cdot\sigma_R$.

Библиография

[1] МИ № 01.00282-2008/0174.01.07.13 Продукты пищевые. Методические указания. Определение содержания растворимых и нерастворимых пищевых волокон в пищевых продуктах и БАД к пище

УДК 613.263:543.94:006.354 МКС 67.050

Ключевые слова: продукция пищевая специализированная, биологически активные добавки к пище, пищевые добавки, пищевые волокна, ферментативно-гравиметрический метод

Редактор *Д.А. Кожемяк*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *Е.О. Асташина*

Сдано в набор 31.05.2022. Подписано в печать 16.06.2022. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «РСТ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru